

Rec'd PCTO

07 JUL 2004 #2

PCT/JP03/09509

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

28.07.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

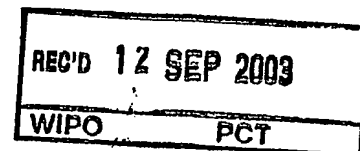
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年 7月29日
Date of Application:

出願番号 特願2002-220063
Application Number:

[ST. 10/C]: [JP 2002-220063]

出願人 三井化学株式会社
Applicant(s):

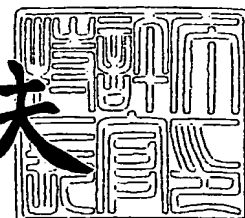


**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 8月28日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 P0001428

【あて先】 特許庁長官 殿

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市長浦 5 8 0 番地 3 2 三井化学株式会社
 内

 【氏名】 小林 正尚

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市長浦 5 8 0 番地 3 2 三井化学株式会社
 内

 【氏名】 廣田 幸治

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市長浦 5 8 0 番地 3 2 三井化学株式会社
 内

 【氏名】 森 峰寛

【特許出願人】

 【識別番号】 000005887

 【氏名又は名称】 三井化学株式会社

 【代表者】 中西 宏幸

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 005278

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 金属板及び金属積層体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 金属と絶縁層からなる金属積層体に使用される金属板であって、金属と絶縁層が接する面の金属の表面酸化膜を、金属の表面酸化膜側より A E S（オージェ電子分光法）で測定し、経時で検出される元素 O と金属を構成する主たる元素の相対濃度が同一となる時間において、T E M（透過型電子顕微鏡）で観察される厚みを測定した場合、0 以上 1 0 0 Å 未満であることを特徴とする金属板。

【請求項 2】 金属が、銅、ニッケル、アルミニウム、ステンレス鋼、またはそれらの合金からなる群から選ばれたものである請求項 1 記載の金属板。

【請求項 3】 金属が、S U S 3 0 4 である請求項 1 記載の金属板。

【請求項 4】 S U S 3 0 4 が、テンションアニール処理されているものである請求項 3 記載の金属板。

【請求項 5】 金属と絶縁層からなる金属積層体であって、金属と絶縁層が接する面の金属の表面酸化膜を、金属の表面酸化膜側より A E S（オージェ電子分光法）で測定し、経時で検出される元素 O と金属を構成する主たる元素の相対濃度が同一となる時間において、T E M（透過型電子顕微鏡）で観察される厚みを測定した場合、0 以上 1 0 0 Å 未満であることを特徴とする金属積層体。

【請求項 6】 金属が、銅、ニッケル、アルミニウム、ステンレス鋼、またはそれらの合金からなる群から選ばれたものである請求項 5 記載の金属積層体。

【請求項 7】 金属が、S U S 3 0 4 である請求項 5 記載の金属積層体。

【請求項 8】 S U S 3 0 4 が、テンションアニール処理されているものである請求項 7 記載の金属積層体。

【請求項 9】 絶縁層が、ポリイミド、ポリアミド、ポリアミドイミドから選ばれた樹脂である請求項 5 記載の金属積層体。

【請求項 10】 金属積層体の構成が、金属板上に絶縁層が積層される片面金属積層体あるいは、金属板上に絶縁層、金属板の順で構成される両面金属積層体であることを特徴とする請求項 5 記載の金属積層体。

【請求項 11】 金属積層体の構成が、銅合金／ポリイミド／SUS304 からなる両面金属積層体である請求項 10 記載の金属積層体。

【請求項 12】 ポリイミドが、熱可塑性ポリイミド／非熱可塑性ポリイミド／熱可塑性ポリイミドの構成からなるものである請求項 11 記載の金属積層体。

【請求項 13】 絶縁層が熱可塑性樹脂および非熱可塑性樹脂の単層、またはそれらの組み合わせからなる多層構造であり、熱可塑性樹脂が、1, 3-ビス(3-アミノフェノキシ)ベンゼン、1, 3-ビス(3-(3-アミノフェノキシ)フェノキシ)ベンゼン、4, 4'-ビス(3-アミノフェノキシ)ビフェニル及び3, 3'-ジアミノベンゾフェノンからなる群から選ばれた少なくとも1種のジアミンとピロメリット酸二無水物、3, 3', 4, 4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物、3, 3', 4, 4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物、又は3, 4, 3', 4'-ジフェニルエーテルテトラカルボン酸二無水物からなる群から選ばれた少なくとも1種のテトラカルボン酸とを重合して得られる熱可塑性ポリイミドである請求項 5 記載の金属積層体。

【請求項 14】 金属の厚みが2～150 μm であり、絶縁層の厚みが5～250 μm である請求項 5 記載の金属積層体。

【請求項 15】 請求項 5～14 記載の金属積層体から製造されるハードディスク用サスペンションに用いられるフレクシャー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はフレキシブル配線基板等に広く使用されている金属積層体及びそれに使用される金属板に関するものである。詳しくは、絶縁層のエッチング性が良好である、高密度回路基板材料に適する金属積層体及び金属板に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来より、ハードディスク用サスペンションに用いられるフレクシャーには、

主に、銅合金／ポリイミド／SUS304からなるポリイミド金属積層体が使用されている。特に近年のハードディスクの容量増大化、高密度化に伴い、サスペンション使用量も増大しており、サスペンション加工メーカーとしても生産効率を向上させるべく、あらゆる工程の高効率化を図っている。

【0003】

しかしながら、前述のポリイミド金属積層体を用いた場合、サスペンション機能を示すSUS304を酸化第二鉄水溶液でエッチングした後、ポリイミドをエッチングする工程において、ポリイミドエッチングを施すと、SUS304のロット毎でポリイミドのエッチング速度が変化するという問題が生じていた。そのため、確実なポリイミドエッチングを実現させるために、長時間のポリイミドエッチングが必要とされ、工程の高効率化が図れなかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、上記の問題に鑑み、金属をエッチングした後、絶縁層のエッチング速度を推定することが出来る金属板及び金属積層体を提供することである。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、鋭意検討の結果、金属と絶縁層からなる金属積層体において、絶縁層と金属の積層界面に存在する金属の表面酸化皮膜に着目し、その表面酸化皮膜厚みが絶縁層のエッチング速度と関係することを見出し、この関係を明らかにすることで、本発明を完成した。

【0006】

即ち、本発明は、金属と絶縁層からなる金属積層体に使用される金属板であって、金属と絶縁層が接する面の金属の表面酸化膜を、金属の表面酸化膜側よりAES（オージェ電子分光法）で測定し、経時で検出される元素Oと金属を構成する主たる元素の相対濃度が同一となる時間において、TEM（透過型電子顕微鏡）で観察される厚みを測定した場合、0以上100Å未満であることを特徴とする金属板及び該金属板を用いた金属積層体に関するものである。

【0007】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明は、金属と絶縁層からなる金属積層体及びそれに使用される金属板であって、金属と絶縁層が接する面の金属の表面酸化膜を、金属の表面酸化膜側よりAES（オージェ電子分光法）で測定し、経時で検出される元素Oと金属を構成する主たる元素の相対濃度が同一となる時間において、TEM（透過型電子顕微鏡）で観察される厚みを測定した場合、0以上100 Å未満であることを特徴とするものである。ここで、相対濃度とは、検出されるすべての元素の合計を100とした場合の濃度のことをいう。

【0008】

AESとは、オージェ電子分光法のことであり、電子線を照射する際に発生するオージェ電子を測定して、固体表面に存在する元素の種類と量を測定できるものである。本発明においては、経時で検出される元素Oと金属を構成する主たる元素の相対濃度が同一となった時、TEM（透過型電子顕微鏡）で金属の表面酸化膜の厚さを測定する。金属としてSUS304を使用する場合には、AESにて検出される元素は酸素元素（O）と鉄元素（Fe）である。

【0009】

本発明においては、金属の表面酸化膜の厚さが0～100 Åであることが重要であり、より好ましくは、25～50 Åである。100 Åより大きい場合は、ポリイミドエッチング速度が著しく遅くなり生産性が非常に悪くなるという不都合が起き、好ましくない。

【0010】

TEMとは、透過型電子顕微鏡のことであり、極微小部の表面、断面の観察とその部分の構造と元素分析ができるものであり、具体的には薄片化した試料に電子線を照射し、試料を透過してきた電子を結像させて観察できるものである。

【0011】

本発明の金属板及び金属積層体における金属としては、具体例として銅、ニッケル、アルミニウム、ステンレス鋼、またはそれらの合金からなる群から選ばれ

たものが挙げられ、好ましくは、ステンレス鋼であり、さらに好ましくは、SUS304である。

【0012】

金属としてSUS304を用いる場合、圧延されて薄くなった材料の歪み取りを行うために、材料に引っ張り張力をかけながら、高温下の水素ガスを含む窒素ガス中で一定時間の放置を行うテンションアニール処理を行うことが好ましい。このテンションアニール処理の温度と時間を調整することにより、SUS304の表面酸化皮膜のコントロールが可能である。表面酸化皮膜厚みはテンションアニール処理中での酸化・還元反応により増減するので、厚みを薄くするには高温・長時間の処理を施すのが好ましい。テンションアニール処理の好ましい条件としては、温度1000℃～1200℃、時間10分～20分である。

【0013】

本発明において、金属の厚みは好ましくは2～150 μm であり、より好ましくは、10～100 μm である。

【0014】

本発明の金属積層体における絶縁層としては、具体例として例えばポリイミド、ポリアミド、ポリアミドイミド等から選ばれた樹脂が挙げられる。好ましくはポリイミドであり、さらに好ましくは、ポリイミドが、熱可塑性ポリイミド／非熱可塑性ポリイミド／熱可塑性ポリイミドの構成からなるものである。

【0015】

本発明の金属積層体における絶縁層は、具体的には熱可塑性樹脂および非熱可塑性樹脂の単層、またはそれらの組み合わせからなる多層構造であることが好ましい。

【0016】

本発明の金属積層体における絶縁層に使用される熱可塑性樹脂としては、好ましくは1,3-ビス(3-アミノフェノキシ)ベンゼン、1,3-ビス(3-(3-アミノフェノキシ)フェノキシ)ベンゼン、4,4'-ビス(3-アミノフェノキシ)ビフェニル及び3,3'-ジアミノベンゾフェノンからなる群から選ばれた少なくとも1種のジアミンとピロメリット酸二無水物、3,3',4,4'

、ービフェニルテトラカルボン酸二無水物、3, 3', 4, 4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物、又は3, 4, 3', 4'-ジフェニルエーテルテトラカルボン酸二無水物からなる群から選ばれた少なくとも1種のテトラカルボン酸とを重合して得られる熱可塑性ポリイミドである。

【0017】

前述の熱可塑性ポリイミドを製造する場合、ジアミン成分とテトラカルボン酸二無水物の反応モル比は、0.75～1.25の範囲が好ましい。

【0018】

本発明の金属積層体の構成の具体例を挙げると、金属板上に絶縁層が積層される片面金属積層体あるいは、金属板上に絶縁層、金属板の順で構成される両面金属積層体であり、好ましくは、銅合金／ポリイミド／SUS304からなる両面金属積層体である。

【0019】

金属積層体の絶縁層として、ポリイミドを使用した場合、ポリイミドエッチング方法としては、主にヒドラジンをを用いるウェットエッチング法やプラズマエッチング法が存在するが、ポリイミドエッチング速度に関してはどちらでも大差なく、使用可能である。

【0020】

金属積層体の絶縁層として、ポリイミドを使用した場合、ポリイミドエッチングのエッチング速度としては、例えばプラズマガス雰囲気 (O_2 70～80%、 SF_6 : 10～20%、 Ar : 5～15% : 但し、合計のガス量は100%を越えない)、圧力26.7Pa、時間15分、電力: 2.3kWの条件でエッチング処理を行ない、1分間で減少する重量でエッチング速度を表す。

【0021】

本発明の金属積層体の製造方法としては、絶縁層にポリイミドを使用し、金属としてSUS304及び銅合金を使用したポリイミド金属積層体の場合の一例を挙げると、銅合金箔に熱可塑性ポリイミド／非熱可塑性ポリイミド／熱可塑性ポリイミドを順次塗布・キュアを行い、SUS304と熱圧着して積層する方法や、非熱可塑性ポリイミドフィルムの両面に熱可塑性ポリイミドを塗布して得られ

る両面接着シートを用いて、銅合金とSUS304を各々熱圧着で積層する方法が挙げられる。尚、熱圧着方法としては熱プレス、ラミネート等が挙げられる。

【0022】

より具体的な製造条件の一例としては、銅合金上に熱可塑性ポリイミドの前駆体であるポリアミック酸を含むワニス塗布し、60～400℃において乾燥・キュアして熱可塑性ポリイミド層を形成し、その上に、非熱可塑性ポリイミドの前駆体であるポリアミック酸を含むワニス塗布し、60～400℃において乾燥・キュアして熱可塑性ポリイミド層を形成し、その上に、熱可塑性ポリイミドの前駆体であるポリアミック酸を含むワニス塗布し、60～400℃において乾燥・キュアして熱可塑性ポリイミド層を形成し、さらに、熱可塑性ポリイミドの表面に、SUS304を150～600℃において熱圧着することによるか、または、非熱可塑性ポリイミドフィルムの両面に熱可塑性ポリイミドの前駆体であるポリアミック酸を含むワニス塗布し、60～400℃において乾燥・キュアして両面熱可塑性ポリイミド接着シートを形成し、その両面に銅合金、SUS304を各々150～600℃において熱圧着することによる方法が挙げられる。

【0023】

使用可能な接着シートのベースフィルムは、特に限定はないが、市販の非熱可塑性ポリイミドフィルムを用いることも可能である。具体的な例として、宇部興産(株)社製ポリイミドフィルムUpilexシリーズ、鐘ヶ淵化学社製ポリイミドフィルムApicalシリーズ、デュポン社製ポリイミドフィルムKaptanシリーズ、東レ社製アミドフィルムアラミカシリーズ等が挙げられる。

【0024】

本発明において、絶縁層の厚みは、好ましくは5～250 μm であり、より好ましくは8～50 μm である。絶縁層として、熱可塑性ポリイミド／非熱可塑性ポリイミド／熱可塑性ポリイミドを用いた場合の好ましい厚さとしては、それぞれ、0.5 μm ～10 μm ／7.5 μm ～75 μm ／0.5 μm ～10 μm である。

【0025】

本発明により提供されるポリイミド金属積層体は、SUS304の表面酸化皮

膜厚みより SUS304 をエッチングした後のポリイミドエッチング速度を推定することが出来るため、ポリイミドエッチング時間を予め算出することで、ポリイミドエッチング工程の効率化を図ることが可能となる。

【0026】

本発明によれば、ポリイミドエッチング性に優れた金属積層体が得られる。そのため、本発明のポリイミド金属積層体は、特にハードディスク用サスペンションに用いられるフレクシャーとして好適に使用される。

【0027】

【実施例】

以下、本発明を実施例により更に詳細に説明する。

金属 (SUS304) の表面酸化皮膜厚みと絶縁層 (ポリイミド) エッチング速度は下記の方法により測定した。

(1) 表面酸化皮膜測定方法

AES (オージェ電子分光法) はVG社、MICROLAB310Fの装置を用い、加速電圧 5.00KV、電流 9.01×10^{-7} A、圧力 2.1×10^{-6} Pa にて、所定時間のイオンエッチングを施し、金属表面に存在する元素の種類と量を分析し、イオンエッチングによる膜厚減少はTEMで観察し、測長する。

【0028】

(2) ポリイミドエッチング速度

両面金属積層体の SUS304 側を塩化第二鉄液にて除去した後、プラズマエッチング処理を行う。その条件として、O₂、SF₆、Ar ガス流量をそれぞれ 0.89、0.19、0.07 L/min とし、その時の圧力が 26.7 Pa、放電出力が 2.3 KW となるようにしたチャンバー中に SUS304 を除去した片面金属積層体を投入し、15 分間処理した。そのプラズマエッチング前後の重量を電子天秤で測量し、エッチング速度を算出した。

【0029】

また、実施例に用いた溶剤、酸二無水物、ジアミンの略称は以下の通りである。

DMAc : N, N' -ジメチルアセトアミド

NMP : N-メチル-2-ピロリドン

PPD : p-フェニレンジアミン

ODA : 4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル

m-BP : 4, 4'-ビス(3-アミノフェノキシ)ビフェニル

APB : 1, 3-ビス(3-アミノフェノキシ)ベンゼン

APPB : 1, 3-ビス(3-(3-アミノフェノキシ)フェノキシ)ベンゼン

DABP : 3, 3'-ジアミノベンゾフェノン

BPDA : 3, 3', 4, 4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物

BTDA : 3, 3', 4, 4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物

PMDA : ピロメリット酸二無水物

【0030】

合成例 1

<熱可塑性ポリイミド前駆体の合成>

ジアミン成分としてAPBを20モルとテトラカルボン酸成分としてBTDAを19.4モル秤量し、N, N'-ジメチルアセトアミド溶媒中で混合した。混合温度及び時間は、23℃、8時間であった。また、混合時の固形分濃度は17重量%で実施した。得られたポリアミック酸ワニスの粘度は25℃において400 c p sであり塗工に適したものであった。

【0031】

合成例 2

<熱可塑性ポリイミド前駆体の合成>

ジアミン成分としてDABPを20モルとテトラカルボン酸成分としてBTDAを19.4モル秤量し、N, N'-ジメチルアセトアミド溶媒中で混合した。混合温度及び時間は、23℃、8時間であった。また、混合時の固形分濃度は17重量%で実施した。得られたポリアミック酸ワニスの粘度は25℃において300 c p sであり塗工に適したものであった。

【0032】

合成例 3

<熱可塑性ポリイミド前駆体の合成>

ジアミン成分としてAPBを20モルとテトラカルボン酸成分としてBPDAを19.4モル秤量し、N,N'-ジメチルアセトアミド溶媒中で混合した。混合温度及び時間は、23℃、8時間であった。また、混合時の固形分濃度は17重量%で実施した。得られたポリアミック酸ワニスの粘度は25℃において400cpsであり塗工に適したものであった。

【0033】

合成例4

<熱可塑性ポリイミド前駆体の合成>

ジアミン成分としてm-BPを20モルとテトラカルボン酸成分としてBPDA、PMDAをそれぞれ9.8モルずつ秤量し、N-メチル-2-ピロリドン溶媒中で混合した。混合温度及び時間は、23℃、8時間であった。また、混合時の固形分濃度は15重量%で実施した。得られたポリアミック酸ワニスの粘度は25℃において500cpsであり塗工に適したものであった。

【0034】

合成例5

<熱可塑性ポリイミド前駆体の合成>

ジアミン成分としてAPPBを20モルとテトラカルボン酸成分としてBTDAを19.4モル秤量し、N,N'-ジメチルアセトアミド溶媒中で混合した。混合温度及び時間は、23℃、8時間であった。また、混合時の固形分濃度は17重量%で実施した。得られたポリアミック酸ワニスの粘度は25℃において400cpsであり塗工に適したものであった。

【0035】

合成例6

<非熱可塑性ポリイミド前駆体の合成>

ジアミン成分としてPPDを7.7モル、ODAを1.15モル、m-BPを1.15モル秤量した。テトラカルボン酸成分として、BPDAを5.4モル、PMDAを4.45モル秤量した。N,N'-ジメチルアセトアミドとN-メチル-2-ピロリドン混合溶媒に溶解し混合した。溶媒の比率は、前者23重量%、後者77重量%であった。得られたポリアミック酸ワニスの粘度はE型粘度計

にて 25℃において 30000 cps であり、塗工に適したものであった。

【0036】

実施例 1

<片面金属積層体の製造>

市販の銅合金箔（オーリン社製、商品名：C7025（特注銘柄）、厚み：18 μm ）上に、熱可塑性ポリイミド層として、合成例 2 のポリアミック酸ワニスを塗布し、乾燥を行った後、非熱可塑性ポリイミド層として、合成例 6 のポリアミック酸ワニスを塗布・乾燥した後、熱可塑性ポリイミド層として、合成例 1 のポリアミック酸ワニスを塗布・乾燥し、片面金属積層体を作製した。熱可塑性ポリアミック酸ワニスの塗布には、リバースロールコーターを、非熱可塑性ポリアミック酸ワニスの塗布には、ダイコーターを使用し、塗布・乾燥後のポリイミド層の厚みは 13 μm であった。尚、乾燥の最高温度は 350℃で行った。

【0037】

<熱プレスの実施>

金属として、ステンレス箔（新日鐵社製、商品名：SUS304H-TA、厚み：20 μm ）を使用した。片面金属積層体のポリイミド面と SUS304H-TA 箔を重ね合わせたものをクッション材（金陽社製、商品名：キンヨーボード F200）ではさみ、加熱プレス機で 230℃、60 kg/cm² の条件下で、30 分間加熱圧着して、SUS304H-TA/熱可塑性ポリイミド/非熱可塑性ポリイミド/熱可塑性ポリイミド/C7025 の 5 層からなるポリイミド金属積層体を作製した。

【0038】

<ポリイミド金属積層体の評価>

得られたポリイミド金属積層体を用いて、表面酸化皮膜厚みとポリイミドエッチング速度を前述のように測定した結果、ポリイミドと接する SUS304H-TA の表面酸化皮膜厚みは 30 Å で、ポリイミドエッチング速度は 25 mg/min であった。

【0039】

実施例 2

<両面接着シートの製造>

非熱可塑性ポリイミド層として、市販のポリイミドフィルム（鐘淵化学工業社製、商品名：アピカル12.5NPI、厚み：12.5 μm ）の両面に合成例1のポリアミック酸ワニスを塗布・乾燥し、両面接着シートを作製した。熱可塑性ポリアミック酸ワニスの塗布には、リバースロールコーターを使用し、塗布・乾燥後のポリイミド層の厚みは18 μm であった。尚、乾燥の最高温度は280℃で行った。

【0040】

<熱プレスの実施>

金属として、銅合金箔（オーリン社製、商品名：C7025（特注銘柄）、厚み：18 μm ）とステンレス箔（新日鐵社製、商品名：SUS304H-TA、厚み：20 μm ）を使用した。両面接着シートにC7025とSUS304H-TA箔を各々重ね合わせたものをクッション材（金陽社製、商品名：キンヨーボードF200）ではさみ、加熱プレス機で250℃、70 kg/cm²の条件下で、60分間加熱圧着して、SUS304H-TA／熱可塑性ポリイミド／非熱可塑性ポリイミド／熱可塑性ポリイミド／C7025の5層からなるポリイミド金属積層体を作製した。

【0041】

<ポリイミド金属積層体の評価>

得られたポリイミド金属積層体を用いて、表面酸化皮膜厚みとポリイミドエッチング速度を前述のように測定した結果、ポリイミドと接するSUS304H-TAの表面酸化皮膜厚みは40 Åで、ポリイミドエッチング速度は15 mg/minであった。

【0042】

実施例3

<両面接着シートの製造>

合成例1の熱可塑性ポリイミド前駆体の代わりに合成例3の熱可塑性ポリイミド前駆体を使用した以外は実施例2と同様に、両面接着シートを作製した。

<熱プレスの実施>

加熱プレス機で270℃、50kg/cm²の条件下で、30分間加熱圧着した以外は実施例2と同様にSUS304H-TA/熱可塑性ポリイミド/非熱可塑性ポリイミド/熱可塑性ポリイミド/C7025の5層からなるポリイミド金属積層体を作製した。

【0043】

<ポリイミド金属積層体の評価>

得られたポリイミド金属積層体を用いて、表面酸化皮膜厚みとポリイミドエッチング速度を前述のように測定した結果、ポリイミドと接するSUS304H-TAの表面酸化皮膜厚みは35Åで、ポリイミドエッチング速度は18mg/minであった。

【0044】

実施例4

<両面接着シートの製造>

合成例1の熱可塑性ポリイミド前駆体の代わりに合成例4の熱可塑性ポリイミド前駆体を使用した以外は実施例2と同様に、両面接着シートを作製した。

<熱プレスの実施>

加熱プレス機で290℃、50kg/cm²の条件下で、60分間加熱圧着した以外は実施例2と同様にSUS304H-TA/熱可塑性ポリイミド/非熱可塑性ポリイミド/熱可塑性ポリイミド/C7025の5層からなるポリイミド金属積層体を作製した。

<ポリイミド金属積層体の評価>

得られたポリイミド金属積層体を用いて、表面酸化皮膜厚みとポリイミドエッチング速度を前述のように測定した結果、ポリイミドと接するSUS304H-TAの表面酸化皮膜厚みは47Åで、ポリイミドエッチング速度は7mg/minであった。

【0045】

実施例5

<両面接着シートの製造>

合成例1の熱可塑性ポリイミド前駆体替わりに合成例5の熱可塑性ポリイミド

前駆体を使用した以外は実施例 2 と同様に、両面接着シートを作製した。

<熱プレスの実施>

加熱プレス機で 230℃、50 kg/cm²の条件下で、30 分間加熱圧着した以外は実施例 2 と同様に SUS304H-TA/熱可塑性ポリイミド/非熱可塑性ポリイミド/熱可塑性ポリイミド/C7025 の 5 層からなるポリイミド金属積層体を作製した。

<ポリイミド金属積層体の評価>

得られたポリイミド金属積層体を用いて、表面酸化皮膜厚みとポリイミドエッチング速度を前述のように測定した結果、ポリイミドと接する SUS304H-TA の表面酸化皮膜厚みは 45 Å で、ポリイミドエッチング速度は 10 mg/min であった。

【0046】

【発明の効果】

本発明の金属積層体は、一例として銅合金/ポリイミド/SUS304 の構成であるポリイミド金属積層体が挙げられ、その場合ポリイミドと SUS304 の積層界面に存在する SUS304 の表面酸化皮膜を測定することで、SUS304 をエッチングした後のポリイミドエッチング速度を推定することが出来るポリイミド金属積層体である。そのため、ポリイミド金属積層体におけるポリイミドのエッチング時間を算出でき、高生産性のハードディスクドライブのサスペンションに用いるフレクシャーを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 実施例 1 で製造した片面金属積層体の概略断面図である。

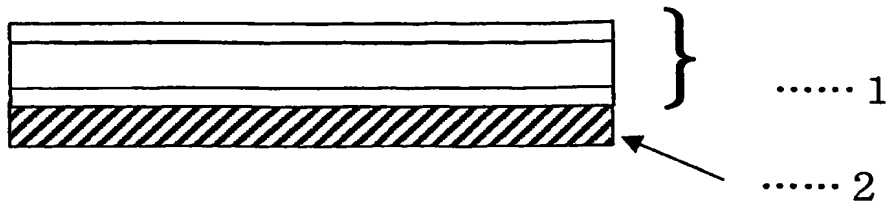
【図 2】 実施例 2 で製造した両面金属積層体の概略断面図である。

【符号の説明】

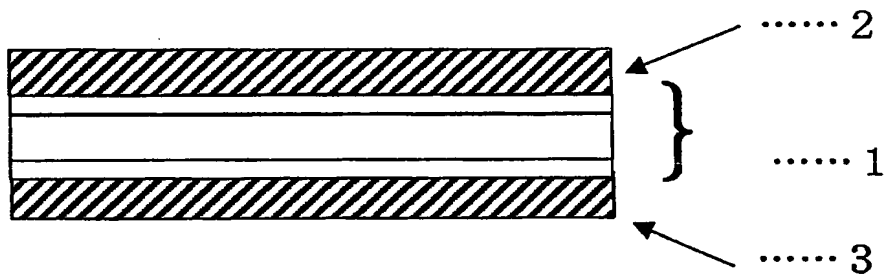
1. 熱可塑性ポリイミド/非熱可塑性ポリイミド/熱可塑性ポリイミド層からなる絶縁層
2. SUS304 層
3. 銅合金層

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【目的】 金属をエッチングした後、絶縁層のエッチング速度を推定することが出来る金属板及び金属積層体を提供すること。

【解決手段】 金属と絶縁層からなる金属積層体及びそれに使用される金属板であって、金属と絶縁層が接する面の金属の表面酸化膜を、金属の表面酸化膜側よりAES（オージェ電子分光法）で測定し、経時で検出される元素Oと金属を構成する主たる元素の相対濃度が同一となる時間において、TEM（透過型電子顕微鏡）で観察される厚みを測定した場合、0以上100 Å未満であることを特徴とする。

【選択図】 図2

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-220063
受付番号	50201116469
書類名	特許願
担当官	第一担当上席 0090
作成日	平成14年 7月30日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 7月29日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 2 - 2 2 0 0 6 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 5 8 8 7]

1. 変更年月日

1 9 9 7 年 1 0 月 1 日

[変更理由]

名称変更

住 所

東京都千代田区霞が関三丁目 2 番 5 号

氏 名

三井化学株式会社